



Soda Kireç Silikat Cam - 304 L Paslanmaz Çelik Birleştirmesinde Ti/Ag Ara Katman Kullanımı

Joining of Soda Lime Silicate Glass to 304L Stainless Steel by Using Ti/Ag Interlayers

Mustafa Burak Telli

Kocaeli Üniversitesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli, Türkiye

Öz

Cam – metal birleştirmeler parabolik güneş enerji sistemlerinin ısı toplama ünitelerinin veriminin artırılması için önemlidir. Soda kireç silikat cam – 304L paslanmaz çelik birleştirilmeleri gerçekleştirilebilmeleri durumunda ısı toplama ünite uygulamaları için şuan kullanılan birleştirmelere ekonomik bir alternatif olabilir. Soda kireç silikat camın termal genişleme katsayısındaki büyük fark nedeniyle doğrudan 304L paslanmaz çeliğe birleştirilmesi zordur. Bu çalışmada soda kireç silikat cam Ti/Ag ara katman kullanımıyla 304L paslanmaz çeliğe hava ortamında 800 °C de birleştirilmiştir. Soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L kesit numunesi ışık ve taramalı elektron mikroskopuyla incelenmiş ve cam - Ti/Ag/304L yüzeyinde gerçekleşen reaksiyonların birleştirmeye olan etkilerini incelemiştir. Camın - Ti/Ag/304L birleştirilmesi sonrası oda sıcaklığına dönüşünde birleştirilen malzemelerde oluşan kalıntı gerilmeler ve gerinimler ANSYS 14 çoklu fizik yazılımı kullanılarak sonlu elamanlar metoduyla modellenmiştir. Modelleme sonuçları deneysel gözlemlerle karşılaştırmıştır ve Ag/Ti ara katman kullanılarak yapılan birleştirmelerin başarılı olması için camın birleştirme bölgesinde düşük kalıntı gerilim ve gerinimlere maruz kalması gerektiği neticesine ulaşılmıştır. Model analizlerine göre Ag/Ti ara katman kullanılarak birleştirilen soda kireç silikat cam üzerinde en yüksek 95 MPa seviyelerinde maksimum ve en düşük -50 MPa seviyelerinde minimum asal gerilmeler oluşmuştur. Ag katmanda en yüksek 80 MPa seviyelerinde maksimum asal gerilmeler oluşurken, Ti katmanda en düşük -130 MPa seviyelerinde minimum asal gerilmeler oluşmuştur. Kalıntı gerilmelerin etkisiyle soda kireç silikat camda 0.00126 mm/mm seviyelerinde eşdeğer elastik gerinim oluşurken, Ag ara katman 0.025 mm/mm seviyelerinde plastik gerinime uğramıştır.

Anahtar Kelimeler: ANSYS 14 çoklu fizik modelleme, Kalıntı gerilme, Soda kireç silikat cam, Sonlu elamanlar yöntemi, 304L paslanmaz çelik, Titanyum gümüş ara katman

Abstract

Glass – metal joining is important for improving efficiency of heat collecting units employed in parabolic through solar energy collecting systems. If soda lime silicate glass joined to 304L stainless steel successfully, they could be an economical alternative. Due to big thermal expansion coefficient difference, it is difficult to join soda lime silicate glass – 304L stainless steel directly. In this study, glass – 304L joining was achieved by using Ti/Ag layer with a heat treatment at 800 °C in air ambient. Soda lime silicate glass to Ti/Ag/304L joining was investigated with optical and scanning electron microscopes to reveal interfacial reactions between glass and Ti/Ag/304L. Residual stress and strains developed in joined parts due to high temperature joining and cool down to room temperature were modeled employing ANSYS 14 Multiphysics finite element method software. Experimental findings and modeling results were compared and it was concluded that residual stress and strain levels needed to be stayed low in glass region at joining interface for the successful glass – 304L joining. According to modeling results, joined glass layer experienced the highest 95 MPa maximum and lowest -50 MPa minimum principal stress levels. While Ag layer had up most 80 MPa maximum principal stress levels, Ti layer had lowest -130 MPa s minimum principal stress levels. Due to residual stress, soda lime silicate glass experienced equivalent elastic strain with the highest levels at the order of 0.00126 mm/mm and Ag layer experienced equivalent plastic strain with the highest levels at the order of 0.025 mm/mm.

Keywords: ANSYS 14 multi physics modeling, Residual stress, Soda lime silicate glass, Finite element method, 304L stainless steel, Titanium silver layer

*Sorumlu yazarın e-posta adresi: mustafa.telli@kocaeli.edu.tr

1. Giriş

Cam – metal birleştirmeler parabolik güneş enerji sistemlerinde ısı toplayıcı ünitelerin ısıl verimini artırmak için önemlidirler (Lei vd. 2012). Bu uygulama için birbirine yakın termal genişleme gösteren borosilikat cam – kovar alaşım birleştirmeler çoğunlukla kullanılmaktadır (Lei vd. 2010, Chanmuang vd. 2008). Soda kireç silikat cam yaygın olarak kullanılan ekonomik bir camdır (Laurent vd. 2014). 304 L paslanmaz çelik ise yüksek korozyon dayanımı ve kaynaklana bilirliliği nedeniyle tercih edilen bir malzemedir (Wallinder vd. 2006, Bai ve Guan 2013). Soda kireç silikat cam – 304 L birleştirmesi yapılabilmesi durumunda yaygın kullanılan borosilikat cam - kovar alaşım birleştirmelerine ekonomik bir alternatif olabilir. Soda kireç silikat camın termal genişleme katsayısının ($9.1 \cdot 10^{-6}$) 304L paslanmaz çeliğinden ($18.7 \cdot 10^{-6}$) çok farklı oluşu nedeniyle camın doğrudan 304L ye birleştirilmesi zordur. Literatürde, soda kireç silikat camın – 304L ye doğrudan veya ara katman kullanılarak birleştirilmelerine yönelik henüz bir çalışmada yer almamaktadır. Bu çalışmada Ti/Ag ara katman kullanımıyla soda kireç silikat camın 304L paslanmaz çeliğe hava ortamında birleştirilmesi gerçekleştirilmiştir. Birleştirilen cam/Ti/Ag/304L kesit yüzeyi ışık ve taramalı elektron mikroskoplarıyla incelemiş ve cam-Ti birleştirme yüzeyinde gerçekleşen reaksiyonların birleştirmeye olan etkileri verilmiştir. Yüksek sıcaklık birleştirme işlemi sonrası oda sıcaklığına soğumayla oluşan kalıntı gerilme ve gerinimler ANSYS 14 sonlu elamanlar yöntemi çoklu fizik yazılımıyla modellenmiştir. Birleştirilen katmanlarda oluşan kalıntı gerilme ve gerinim değerlerinin birleştirme için önemleri tartışılmıştır.

2. Gereç ve Yöntem

Deneylerde soda kireç silikat cam (Schott Ar Glass), titanyum (% 99.2 saflıkta), gümüş (% 99.9 saflıkta) ve 304L paslanmaz çelik kullanılmıştır. Numunede kullanılacak boyutlarına hassas elmas kesici disk kullanılarak kesilen parçalar 320, 600 ve 1000 nolu SiC zımpara kâğıtları kullanılarak zımparalanmıştır. İlk önce titanyum katman, gümüş ara katman kullanılarak 304 L ye 1000 °C de 2 dakika süreyle hava ortamında Nabartherm marka fırın kullanılarak birleştirilmiştir. Bu birleştirme sonrasında titanyumun dış yüzeyinde oluşan oksit katmanın 600 ve 1000 nolu SiC zımpara kâğıtları kullanılarak uzaklaştırılmış ve soda kireç silikat cam - Ti/Ag/304L ye 800 °C 10 dakika süreyle hava ortamında birleştirilmiştir. Birleştirilen numune 20 dakikada içinde 550 °C ye soğutulmuş, camın termal gerilim giderme

işlemi için bu sıcaklıkta 20 dakika tutulmuş, 3 saat içinde 200 °C ye ve 6 saat içinde oda sıcaklığına soğutulmuştur.

Soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L birleştirme numunesinin kesit incelemesi Zeiss Axiotech model ışık ve JEOL 6060 model taramalı elektron mikroskopları kullanılarak yapılmıştır. Kesit incelemesi için birleştirilen numune epoksi kalıba alınmış, birleştirme kesitini açığa çıkaracak şekilde 600, 1000 ve 2500 nolu SiC zımpara kâğıtları kullanılarak zımparalanmış ve 3 mikron elmas süspansiyonla parlatılmıştır. Kesiti açığa çıkarılan numunenin ışık mikroskop incelemeleri aydınlık alan modunda yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskop incelemesiye şarj etkilerini azaltmak için Au püskürtme katman uygulaması sonrasında 20 kV hızlandırma gerilimi altında ikincil elektron emisyon görüntüleme moduyla ve çizgisel dispersif enerji element (EDS) analizleriyle gerçekleştirilmiştir.

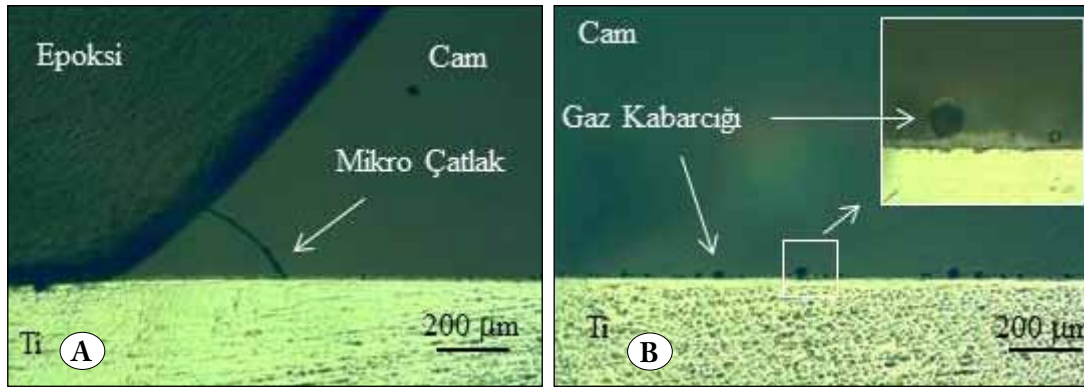
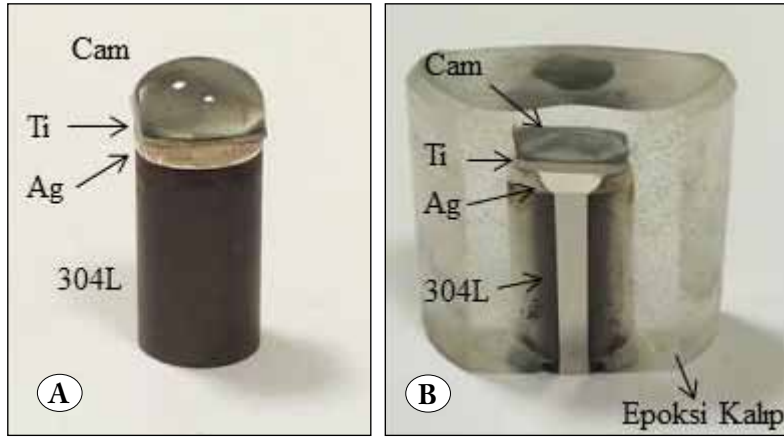
Birleştirilme numunesinde oluşan kalıntı gerilmeler ve gerinimler ANSYS14 çoklu fizik yazılımı (ANSYS Yazılım Şirketi 2012) sonlu elamanlar metodu kullanılarak modellenmiştir. Kalıntı gerilme ve gerinimlerin birleştirilen numunenin 550 °C de yapılan camın termal gerilim giderme işlemi sonrasında numunenin oda sıcaklığına soğuması esnasında gerçekleştiği kabul edilerek yapılmıştır. Soda kireç silikat cam sadece elastik gerinim gösteren bir malzeme olarak, Ti, Ag ve 304L malzemeleri ise elastik ve plastik gerinimler gösteren malzemeler olarak modellenmiştir. Kullanılan malzeme özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Metalik malzemelerin akma dayanımlarının plastik deformasyonla artışı Çizelge 1'de belirtilen gerçek gerinim - gerçek gerilme seviyelerine doğru doğrusal olarak arttığı kabul edilerek yapılmıştır. Birleştirme numunesinin modellenmesinde soda kireç silikat cam için 5.5 mm çap ve 4.5 mm yüksekliğe sahip deneysel gözlemlenen şekil, Ti ara katman için 1 mm kalınlıkta ve 12 mm boy ve 12 mm ene sahip plaka, Ag ara katman için 3 mm kalınlıkta 11 mm çapta silindir ve 304L için 20 mm boy 11 mm çapta silindir numune boyut ve şekilleri kullanılmıştır.

3. Sonuçlar

Şekil 1'de soda kireç silikat camın Ti/Ag ara katman kullanımıyla 800 °C 10 dakika süreyle hava ortamında 304L ye birleştirilen numune ve numunenin kesit incelenmesi için hazırlanmış hali yer almaktadır. Şekil 1. a ve b'de çatlak oluşumu gözlemlenmemiştir. Bu durum Ti/Ag ara katman kullanımıyla birleştirilen camda oluşan kalıntı gerinimlerin ve sonrasında kesit numune hazırlama işlemleri (kalıba alınma, zımparalanma ve parlatma) sırasında oluşabilecek yapısal

Çizelge 1. Kalıntı gerilme ve gerinim modellenmesinde kullanılan malzeme özellikleri

| Malzeme Özellikleri | Soda Kireç Silikat Cam | Ti | Ag | 304 L |
|--|------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Termal Genleşme Katsayısı (α) | 9.1×10^{-6} | 10.1×10^{-6} | 22.4×10^{-6} | 18.7×10^{-6} |
| Elastik Modül (E) (Pa) | 73×10^9 | 116×10^9 | 76×10^9 | 193×10^9 |
| Poisson Oranı (ν) | 0.22 | 0.34 | 0.37 | 0.24 |
| Akma Dayanımı (σ_y) (Pa) | | 240×10^6 | 40×10^6 | 280×10^6 |
| Gerçek Gerinim ($\epsilon_{Gerçek}$) Seviyesinde (m/m) | | 0.2 | 0.5 | 1.15 |
| Gerçek Gerilme ($\sigma_{Gerçek}$) Seviyesi (Pa) | | 550×10^6 | 320×10^6 | 1700×10^6 |



hata ve gerilimlerin camda büyük çatlaklar oluşturmaya ve camı tamamen kırmaya yetmediğini göstermektedir.

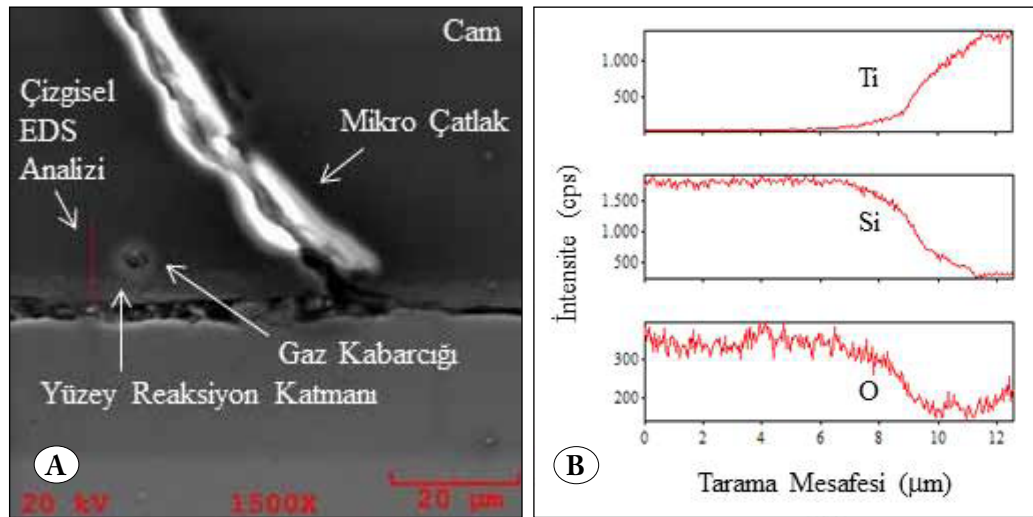
Şekil 2'de soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L kesit numunesinin cam - Ti birleştirme bölgesinin 5 ve 50x büyütmede alınmış ışık mikroskobu görüntüleri verilmiştir. Şekil 2. a'da cam - Ti birleştirme bölgesinin dış çeperine doğru birleşme yüzeyinden başlayıp camın dış yüzeyine ilerlemiş olan bir mikro çatlak oluşumu gözlemlenirken şekil 2. b'de ise cam - Ti birleştirmenin orta bölgesinde herhangi bir mikro çatlak oluşumu gözlemlenmemiştir. Bu camda oluşan kalıntı gerilmelerin cam/Ti birleştirme yüzeyinin orta bölgesinde nispeten düşük kaldığını fakat cam/Ti birleştirme yüzeyinin

camın dış çeperine doğru arttığını göstermektedir. Şekil 2. a ve b'de cam-Ti birleşme yüzeyinde gaz kabarcık oluşumları da gözlemlenmiştir. Şekil 2. b'de verilen birleştirme yüzeyinin daha büyük büyütmedeki (50x) görüntüsünde, cam-Ti birleşme yüzeyinde oluşan gaz kabarcıklarının cam ile Ti arasında yer alan bir reaksiyon katmanının üzerinde ve camın içinde yer aldığı daha net gözlemlenmiştir. Gaz kabarcıklarının cam - Ti birleştirme yüzeyinde ve reaksiyon katmanının üzerinde yer alması, gaz kabarcık oluşumunun reaksiyon katmanıyla camın reaksiyonu neticesinde oluştuğu izlenimini vermiştir.

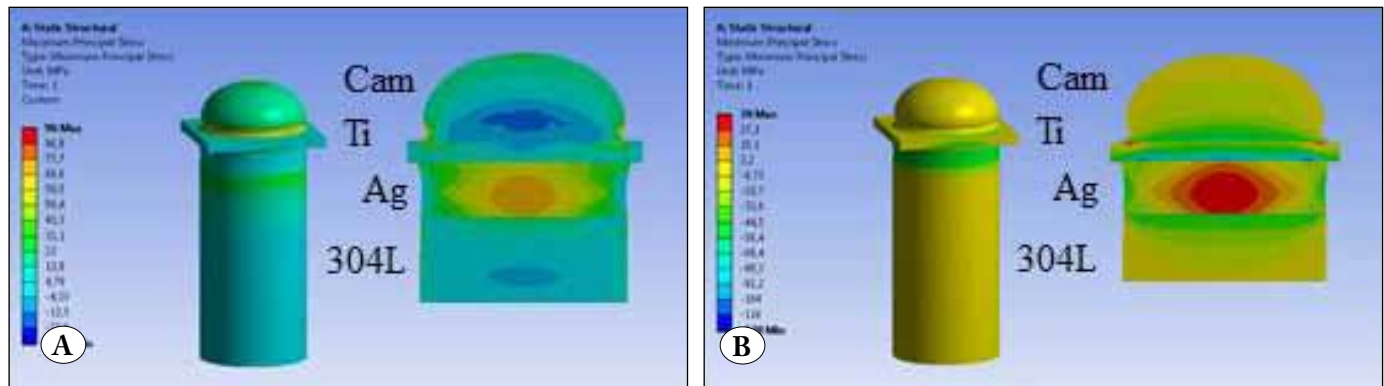
Şekil 3'de soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L kesit numunesinin mikro çatlak oluşumu gözlemlenen bölgesinin 1500x büyütmede alınmış taramalı elektron mikroskop görüntüsü ve çizgisel enerji dispersif element (EDS) analizi verilmiştir. Şekil 3. a'da oluşan mikro çatlak cam - Ti birleştirme yüzeyinden başladığı, cam içinde Ti yüzeyine temas eden kısmında bir reaksiyon katmanı oluştuğu ve gaz kabarcığının bu reaksiyon katmanı üzerinde yer aldığı gözlemlenmiştir. Şekil 3. b'de cam iç kısmından başlayıp camın birleştirme yüzeyine doğru alınmış çizgisel enerji dispersif element (EDS) analizlerinin sonucunda titanyumun camın iç bölgesine doğru difüzyon ettiği, cam - Ti birleştirme yüzeyinde oluşan katmanın Ti, Si, O içerdiği, bu katmanda Si, O oranlarının camın titanyum birleşme yüzeyine doğru azalırken Ti içeriğinin arttığı ve camın titanyumla temas eden en dış bölgesinde ağırlıklı olarak Ti ve O içerdiği gözlemlenmiştir. Camın en dış yüzeyinde Ti ve O içermesi hava ortamında titanyum

yüzeyinde camla reaksiyon öncesi bir miktar titanyum oksit oluşturduğu ve camın bu Ti, O içeren katmanla reaksiyona girip Ti, Si ve az miktarda O içeren bir reaksiyon katmanı oluşturduğu göstermiştir. Gaz kabarcığının Ti, Si ve az miktarda O içeren katmanın hemen üzerinde yer alışı ise gaz kabarcık oluşumunun Ti, Si, O içeren bu katmanla cam arasındaki reaksiyonu sonucunda oluştuğu izlenimini vermiştir. Titanyum oksit katmanında yer alan titanyumun camla reaksiyona girip Ti, Si ve az miktarda O içeren oksit katmanı oluşturup sonrasında camın içine difüzyon edışı, yüzeyde oluşan gaz kabarcığının titanyum oksit katmanında yer alan fakat reaksiyonda kullanılmayan fazla oksijenden oluşabileceğini göstermektedir.

Şekil 4'de Ansys 14 çoklu fizik yazılımıyla modellenmiş maksimum ve minimum asal kalıntı gerilmeler verilmiştir. Şekil 4. a'da camda oluşan maksimum asal gerilmelerin cam - Ti birleştirme yüzeyinin orta bölgesinde düşük



Şekil 3. Soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L kesit numunesinin cam/Ti birleştirme bölgesinin **A)** mikro çatlak oluşum bölgesinin 1500x büyütme de ikincil elektron emisyon modu taramalı elektron mikroskobu görüntüsü **B)** camın iç bölgesinden Ti birleşme yüzeyine doğru Ti, Si ve O elementleri için alınan çizgisel EDS analizleri.



Şekil 4. ANSYS14 çoklu fizik yazılımıyla modellenmiş soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L birleştirmesinde oluşan maksimum ve minimum asal kalıntı gerilmeler: **A)** numunenin genelinde ve kesitinde oluşan maksimum asal gerilmeler, **B)** numunenin genelinde ve kesitinde oluşan minimum asal gerilmeler.

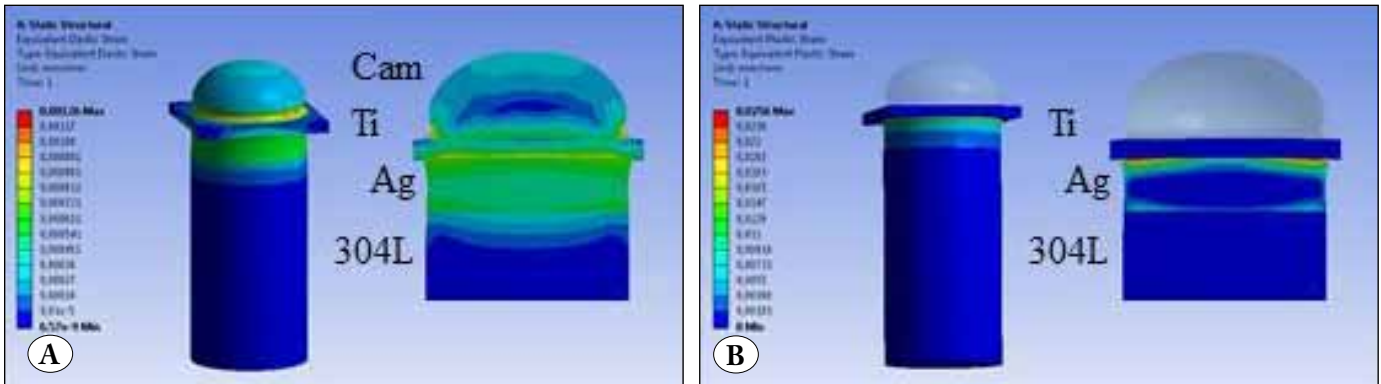
kaldığı (-10 MPa seviyelerinde), cam birleştirme yüzeyinin camın dış çeperine doğru artıp 50 MPa seviyelerine geldiği ve camın birleştirme sırasında aldığı şeklinin etkisiyle de beraber dış çepere yakın dış bölgesinde ise nispeten yüksek 95 MPa seviyelerine ulaştığını görülmektedir. Şekil 4. b'de ise camda oluşan minimum asal gerilmelerin camın birleştirme yüzeyinin orta bölgesinde çok yüksek olmadığı (-50 MPa seviyelerinde) dış çepere yaklaşıırken azalarak -20 MPa seviyelerine gerilediğini görülmektedir. Modelleme sonuçları mikro çatlak oluşumu ve ilerlemesinin olduğu dış çepere yakın cam birleştirme bölgesinin nispeten yüksek maksimum asal gerilmeye maruz kaldığını, sorun yaşanmayan orta bölgeninse nispeten düşük minimum asal gerilmelere maruz kaldığını göstermiştir. Modelleme sonuçlarına göre birleştirilen Ti/Ag/304L metal bölgelerindeyse çok yüksek maksimum ve minimum asal kalıntı gerilmeler oluşmamaktadır. Ag/304L birleştirme bölgesinde, Ag katmanında en yüksek 80 MPa seviyelerinde maksimum asal kalıntı gerilmelere maruz kalırken, Ti/Ag birleştirme bölgesindeyse, Ti katmanında en düşük -130 MPa seviyelerinde minimum asal gerilmelere maruz kalmıştır.

Şekil 5'de Ansys 14 çoklu fizik yazılımıyla modellenmiş eşdeğer elastik ve plastik gerinmeler verilmiştir. Şekil 5. a'da camda oluşan eşdeğer elastik gerinimlerin cam - Ti birleştirme yüzeyinin orta bölgesinde düşük (0.0006 mm/mm değerlerin altında) kaldığı, camın dış çeperine yaklaşıırken artarak 0.0009 mm/mm seviyelerine geldiğini ve camın birleştirme sırasında aldığı şeklinin de etkisiyle beraber dış çepere yakın dış bölgesinde ise 0.00126 mm/mm seviyelerine yükseldiğini göstermiştir. Ti, Ag ve 304L bölgelerinde ise eşdeğer elastik gerinmeler nispeten düşük kalmıştır. Şekil 5. b'de sadece Ag katmanının plastik gerinmeye

maruz kaldığı gözlemlenmiştir. Ag katman Ti/Ag birleşme yüzeyinde en yüksek 0.025 mm/mm seviyelerinde ve Ag/304L birleşme yüzeyinde en yüksek 0.007 mm/mm seviyelerinde eşdeğer plastik gerinime uğramıştır. Sadece Ag katmanının plastik gerinmeye uğramasının sebebi oluşan kalıntı gerilmelerin akma dayanımı düşük Ag katmanını (40 MPa) plastik gerinmeye uğratmaya yetiyor olması fakat akma dayanımı nispeten yüksek olan Ti (240 MPa) ve 304L (280 MPa) de plastik gerinimlere uğratabilecek kadar yükselmeyiştir.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada Ti/Ag ara katmanlarının kullanımıyla soda kireç silikat camın hava ortamında 304L birleştirilmesi gerçekleştirilmiştir. Işık ve taramalı elektron mikroskop incelemeleri soda kireç silikat camın hava ortamında titanyumla reaksiyona girmesi sonucu birleştirme yüzeyinde Ti, Si ve az miktarda O içeren bir reaksiyon katmanı ve bu katmanının üzerinde cam içinde gaz kabarcık oluşumu gözlemlenmiştir. Birleştirme işlemi sonucunda cam birleştirme yüzeyinde mikro çatlak oluşmaması için kalıntı gerilme ve gerinmelerin düşük kalması gerektiği gözlemlenmiştir. ANSYS14 çoklu fizik modelleme neticelerine göre camın mikro çatlak oluşturmayan orta birleşme bölgesinde maksimum asal gerilmelerin düşük kaldığı (-10 MPa seviyelerinde), minimum asal gerilmelerin nispeten düşük -50 MPa seviyesinde olduğu, eş değer elastik gerinmelerinse 0.006 mm/mm altında kaldığı gözlemlenmiştir. Mikro çatlak oluşumu gözlemlenen kenar bölgedeyse maksimum asal kalıntı gerilmeler 50 MPa seviyelerinde, dış çeperindeyse nispeten yüksek 95 MPa seviyelerinde ve eşdeğer elastik kalıntı gerinmelerse 0.0126 mm/mm seviyelerinde olmuştur. Kullanılan numune



Şekil 5. ANSYS14 çoklu fizik yazılımıyla modellenmiş soda kireç silikat cam/Ti/Ag/304L birleştirmesinde oluşan eşdeğer elastik ve eşdeğer plastik gerinmeler: A) numunenin genelinde ve kesitinde oluşan eşdeğer elastik gerinmeler, B) numunenin genelinde ve kesitinde oluşan eşdeğer plastik gerinmeler.

boyutlarında cam/Ti/Ag/304L birleştirmesi sırasında metal bölgelerinde çok yüksek kalıntı gerilmeler oluşmamıştır. Ag katmanı için maksimum asal kalıntı gerilmeler en yüksek 80 MPa seviyelerindeyken, Ti katmanını için minimum asal kalıntı gerilmeler en düşük -130 MPa seviyelerindedir. Birleştirme neticesinde oluşan kalıntı gerilmeler akma dayanımını düşük olan Ag katmanda Ti/Ag birleştirmesine yakın bölgede 0.025 mm/mm seviyelerinde plastik gerinimlere neden olurken akma dayanımı nispeten yüksek Ti ve 304L de plastik gerinim oluşturacak kadar yükselmemiştir.

5. Teşekkür

Bu araştırma Kocaeli Üniversitesi 2011/070 Nolu Bilimsel Araştırma Projesi kapsamında gerçekleştirilmiştir.

6. Kaynaklar

- Bai, T., Guan, KS. 2013.** Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of nanocrystallized stainless steel 304L welded joint by small punch test. *Mater Design.*, 52:849-860.
- Chanmuang, C., Naksata, M., Chairuangri, T., Jain, H., Lyman, CE. 2008.** Microscopy and strength of borosilicate glass-to-Kovar alloy joints. *Mat Sci Eng A-Struct.*, 474:218-224.
- Lei, DQ., Wang, ZF., Li, J., 2010.** The analysis of residual stress in glass-to-metal seals for solar receiver tube. *Mater Design.*, 31:1813-1820.
- Lei, DQ., Wang, ZF., Li, J., Li, JB., Wang, ZJ. 2012.** Experimental study of glass to metal seals for parabolic trough receivers. *Renew Energ.*, 48:85-91.
- Laurent, O., Mantsi, B., Micoulaut, M. 2014.** Structure and Topology of Soda-Lime Silicate Glasses: Implications for Window Glass. *J Phys Chem B.*, 118:12750-12762.
- Wallinder, IO., Bertling, S., Kleja, DB., Leygraf, C. 2005.** Corrosion-induced release and environmental interaction of chromium, nickel and iron from stainless steel. *Water Air Soil Pol.*, 170:17-35.